

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-025674

(43)Date of publication of application : 27.01.1995

(51)Int.Cl.

C04B 37/02

B23K 1/19

B23K 35/30

(21)Application number : 05-192079

(71)Applicant : NIPPON CEMENT CO LTD

(22)Date of filing : 06.07.1993

(72)Inventor : ISHIDA YOICHI
MINAMI NOBUYUKI
TAKAHASHI SHIGERU

(54) PRODUCTION OF JOINED BODY OF CERAMICS TO METAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a joined body of ceramics to a metal having a practical strength by inserting a specific joining stress cushioning material between the ceramics and the metal, then brazing joining both.

CONSTITUTION: An Ni plate having an Ni plating of 1-5 μ m thickness formed thereon is heat-treated at 700-1455° C to provide a joining stress cushioning material, which is then inserted between ceramics and a metal to braze and join both with an active metallic brazing filler material having $\geq 900^{\circ}$ C joining temperature.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 23.05.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3290258

[Date of registration] 22.03.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right] 22.03.2005

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-25674

(43) 公開日 平成7年(1995)1月27日

| (51) Int.Cl. ⁶ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|---------|-----------|-----|--------|
| C 0 4 B 37/02 | | B | | |
| B 2 3 K 1/19 | | H 8727-4E | | |
| 35/30 | 3 1 0 A | | | |

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平5-192079

(22) 出願日 平成5年(1993)7月6日

(71) 出願人 000004190

日本セメント株式会社
東京都千代田区大手町1丁目6番1号

(72) 発明者 石田 陽一

東京都北区浮間1-3-1-514

(72) 発明者 南 信之

東京都北区浮間1-3-1-701

(72) 発明者 高橋 繁

埼玉県志木市柏町6-25-27

(74) 代理人 弁理士 宮越 典明

(54) 【発明の名称】 セラミックスと金属の接合体の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 セラミックスと金属の接合体の製造方法を提供すること。

【構成】 セラミックス(例えば窒化ケイ素)と金属(例えばSUS304)との間に接合応力緩衝材を挿入し、ろう付接合することによりセラミックスと金属との接合体を製造する方法において、前記接合応力緩衝材として、1~5 μ m厚のNiメッキを施したNi板を700~1455℃で加熱処理した緩衝材を用いること。接合用ろうとしてAu-Ni系活性金属ろうを用い、真空中(10^{-5} Torr以下)、1024℃で10分間加熱して接合する。

【効果】 接合応力緩衝材として、所定厚み(1~5 μ m)のNiメッキを施したNi板を所定温度(700~1455℃)で加熱処理した緩衝材を用いることにより、50MPa以上の実用強度を満たすセラミック-金属接合体が得られる。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 セラミックスと金属との間に接合応力緩衝材を挿入し、ロウ付接合することによりセラミックスと金属との接合体を製造する方法において、前記接合応力緩衝材として、1~5 μ m厚のNiメッキを施したNi板を700~1455℃で加熱処理した緩衝材を用いることを特徴とするセラミックスと金属の接合体の製造方法。

【請求項2】 接合用ロウとして、Au-Ni系活性金属ロウを用いることを特徴とする請求項1に記載のセラミックスと金属の接合体の製造方法。

【請求項3】 セラミックスが窒化ケイ素であることを特徴とする請求項1に記載のセラミックスと金属の接合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、セラミックスと金属の接合体の製造方法に関し、特に実用強度(50MPa以上)を満たすセラミックスと金属の接合体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】セラミックスと金属とを高温でロウ付接合すると、常温に冷却する過程で熱膨張差により接合残留応力が生じ、接合強度が低下する。そこで、従来この残留応力を緩衝するため、接合応力緩衝材として数層の金属板を用い、これをセラミックスと接合用金属との間に挿入し、ロウ付接合する方法が用いられており、この金属板としては、一般に銅板が多用されている。

【0003】一方、この接合方法で用いるロウとして、接合温度が500℃以上の使用環境にも耐え得るAu-Ni系活性金属ロウが開発されている。この活性金属ロウは、溶融温度が1000℃以上と高いため、従来から多用されている銅板(溶融温度:1083℃)を用いることができず、その結果、使用する接合応力緩衝材としては限られたものになる。

【0004】前記Au-Ni系活性金属ロウを用いてセラミックスと金属とを接合する場合、接合応力緩衝材として使用可能な代表的な材料は、Ni板を挙げることができる。しかし、市販されているNi板は、その表面に圧延加工工程で生じる凹みや傷があるため、ロウがヌレると、不均一な接合残留応力が生じる。

【0005】この不均一な接合残留応力の発生により、得られたセラミックス-金属接合体は、実用強度である50MPaを満たさなくなる。この対策として、従来、Ni板にNiメッキを施し、その欠陥を修正しようとする試みが提案されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】接合応力緩衝材として前記したNiメッキを施したNi板を用いてセラミックスと金属とを接合する方法では、実用強度である50MPaを満たす接合体を製造することができるが、その中にはNiメ

2

ッキ部とNi板との間で剥離するものが得られ、歩留まりが悪いという問題があった。

【0007】これは、NiメッキをNi板に施すだけでは十分な密着性が得られないためであり、Niメッキ面とNi板の間で剥離現象が生じるからである。そこで、セラミックスと金属との接合において、Niメッキ面とNi板が剥離せず、高温高強度材料として使用し得るセラミックス-金属接合体が強く要望されている。

【0008】本発明は、上記要望に沿うセラミックス-金属接合体を提供することを技術的課題とするものであり、特に50MPa以上の実用強度を有するセラミックス-金属接合体を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】そして、本発明は、接合応力緩衝材として、所定厚み(1~5 μ m)のNiメッキを施したNi板を所定温度(700~1455℃)で加熱処理したものをを用いることを特徴とし、これにより上記目的とする接合体を提供するものである。

【0010】即ち、本発明は、「セラミックスと金属との間に接合応力緩衝材を挿入し、ロウ付接合することによりセラミックスと金属との接合体を製造する方法において、前記接合応力緩衝材として、1~5 μ m厚のNiメッキを施したNi板を700~1455℃で加熱処理した緩衝材を用いることを特徴とするセラミックスと金属の接合体の製造方法。」を要旨とする。

【0011】以下、本発明を詳細に説明すると、本発明は、接合応力緩衝材としてNi板を用いるものであるが、Ni板表面には、圧延加工等による凹みや傷などの欠陥が存在する。そこで、本発明では、(1)この凹みや傷などの欠陥を、Niメッキを施すことで修正し、これによりNi板とロウとの間の“不均一な残留応力の発生”を防止するものであり、さらにこれに加えて、(2)このメッキを施したNi板を加熱処理し、これによりNiメッキとNi板の界面を密着させ、剥離を防止するようにしたものである。

【0012】本発明において、Niメッキ手段としては、特に限定されるものではなく、電解メッキ及び無電解メッキのいずれも適用することができ、いずれも同等の作用効果が生じる。

【0013】そのNiメッキの厚みは、1~5 μ mとするのが好ましい。1 μ m未満の薄いNiメッキ膜では、Ni板表面の凹みや傷などの欠陥を修正することができず、そのため実用強度を有するセラミックス-金属接合体が得られないので好ましくない(後記表1のNo.3、9、表2のNo.18、24参照)。一方、5 μ mを越える厚みのNiメッキでは、メッキ応力により剥離してしまうので、同じく好ましくない(後記表1のNo.7、13、表2のNo.22、28参照)。

【0014】また、本発明において、加熱処理としては700~1455℃が好ましい。この加熱処理により、Niメッ

3

キがNi板に拡散してNiメッキとNi板の界面を密着させ、剥離を防止する作用が生じる。この加熱処理温度が700℃未満の場合、拡散の効果が少なく、実用強度を有するセラミックス-金属接合体が得られず(後記表1のNo. 1, 表2のNo. 16参照)、一方、1455℃より高い場合、接合応力緩衝材として用いたNi板を溶融してしまうので、いずれも好ましくない(後記表1のNo. 14, 表2のNo. 29参照)。

【0015】本発明において、接合するセラミックス材料としては、特に限定するものではないが、窒化ケイ素やサイアロンなどの非酸化物系セラミックスを用いることができる。また、金属材料としては、接合温度1024℃に耐える金属であれば、どのような種類の金属材料も使用することができ、これを例示すると、高温耐熱用ステンレス：大同特殊鋼社製のSUS316、日本冶金社製のSUS304、Ni基合金：INCONEL601、INCONEL713C、INCONEL718、Co基合金：三菱マテリアル社製のステライト等を挙げることができる。

【0016】上記セラミックス材料と金属材料とを接合するためのロウとしては、接合温度が900℃以上の活性金属ロウであれば良く、本発明で特に限定するものではないが、Au-Ni系活性金属ロウが好ましく、例えば市販の96wt%Au-3wt%Ni-1wt%Tiからなるロウを使用することができる。その他、Ni-Ti活性金属ロウ(住友特殊金属社製)や現在市販されているパラジウムロウ、金ロウに活性金属を数%含有させたロウも使用することができる。

【0017】

【実施例】セラミックス、接合金属、接合用ロウとして、

- ・セラミックス：3×4×20mmの窒化ケイ素(日本セラテック社製)
- ・接合金属：3×4×20mmのSUS304(日本冶金社製)
- ・接合用ロウ：3×4×0.05mmのAu-Ni系活性金属ロウ(GT E-WESGO製の96wt%Au-3wt%Ni-1wt%Ti)

を使用した。

【0018】また、接合応力緩衝材として、表1及び表2に示すメッキ厚を有するNiメッキを施した0.2mmのNi板を、同じく表1及び表2に示す熱処理温度で処理したNi板を使用した。Ni板に対するNiメッキは、ワット浴中の電解メッキ(表1)及び無電解メッキ(表2)を施したものである。

【0019】まず、上記セラミックス及び接合金属の3×4mmのそれぞれの面に3×4×0.05mmの上記Au-Ni系活性金属ロウを挿入し、さらにこのロウ間に接合応力緩衝材としてNiメッキを施した0.2mmの上記Ni板を挿入した。次に、これを真空中(10^{-5} Torr以下)、1024℃で10分間加熱して接合し、3×4×40mmの窒化ケイ素-SUS304接合体を作製した。

【0020】得られた接合体に対して、500℃でJIS R16

4

01に準じた4点曲げ試験を行った。その結果を表1及び表2に示す。なお、表1及び表2の備考中、○印は実施例、×印は比較例である。

【0021】

【表1】

[表1 4点曲げ試験測定結果]

| No | メッキ種類 | 熱処理 ℃ | メッキ厚 μm | 強度 MPa | 備考 |
|----|--------|----------|------------|-----------|----|
| 1 | 電 解 | 650 | 3 | 36 | × |
| 2 | | 700 | 0 | 5 | × |
| 3 | | | 0.8 | 33 | × |
| 4 | | | 1 | 72 | ○ |
| 5 | | | 3 | 68 | ○ |
| 6 | | | 5 | 69 | ○ |
| 7 | | | 6 | 剥離 | × |
| 8 | | 1450 | 0 | 剥離 | × |
| 9 | | | 0.8 | 29 | × |
| 10 | | | 1 | 67 | ○ |
| 11 | | | 3 | 74 | ○ |
| 12 | | | 5 | 66 | ○ |
| 13 | | | 6 | 剥離 | × |
| 14 | | 1500 | 3 | Ni溶融 | × |
| 15 | | 無 | 3 | 11 | × |

[注] ○印：実施例
×印：比較例

【0022】

【表2】

5

「表2 4点曲げ試験測定結果」

| No | 材料種類 | 熱処理 ℃ | 材料厚 μm | 強度 MPa | 備考 |
|----|------|----------|-----------|-----------|----|
| 16 | 無電解 | 650 | 3 | 32 | × |
| 17 | | | 0 | 7 | × |
| 18 | | | 0.8 | 30 | × |
| 19 | | | 1 | 69 | ○ |
| 20 | | | 3 | 71 | ○ |
| 21 | | | 5 | 70 | ○ |
| 22 | | | 6 | 剥離 | × |
| 23 | | 1455 | 0 | 6 | × |
| 24 | | | 0.8 | 28 | × |
| 25 | | | 1 | 70 | ○ |
| 26 | | | 3 | 68 | ○ |
| 27 | | | 5 | 65 | ○ |
| 28 | | | 6 | 剥離 | × |
| 29 | | 1500 | 3 | Ni溶融 | × |
| 30 | | 無 | 3 | 剥離 | × |

【注】○印：実施例
×印：比較例

6

【0023】表1及び表2から、本発明で規定するNiメッキ厚範囲(1~5μm)内であって、かつ熱処理温度範囲(700~1455℃)内で加熱処理したNi板を用いた実施例では、65MPa以上の接合強度を有する接合体が得られた。

【0024】これに対して、本発明で規定するNiメッキ厚範囲(1~5μm)外の0.8μmであるNo. 3, 9, 18, 24では、33MPa以下の接合強度を有する接合体が得られるにすぎなかった。また、5μmより厚いNo. 7, 13, 22, 28では、剥離してしまう。なお、Niメッキを施さないNo. 2, 8, 17, 23では、剥離してしまうか、接合したとしてもその接合強度が極めて低いものであった。

【0025】更に、本発明で規定するNiメッキ厚範囲内であっても、これを熱処理しない場合(No. 15, 30)、剥離ないし極めて低い接合強度のものしか得られなかった。また、熱処理したとしても、本発明で規定する熱処理温度範囲(700~1455℃)外の低温度(650℃)で処理したNo. 1, 16では、36MPa以下の接合強度のものであって、実用強度を満たす接合体が得られず、逆に1455℃より高い1500℃で熱処理したNo. 14, 29では、Niが溶けてしまった。

20 【0026】

【発明の効果】本発明は、以上詳記したように、接合応力緩衝材として、所定厚み(1~5μm)のNiメッキを施したNi板を所定温度(700~1455℃)で加熱処理した緩衝材を用いることにより、50MPa以上の実用強度を満たすセラミック-金属接合体が得られる効果が生じる。